

מזמין הדוח: נ.ל.ס דיאט בע"מ | The123

דרך עדן 9 ראשון לציון

11/05/2021

תאריך:

דוח אנליטי לבדיקת ריכוז גלברידין וגלציריזין

1. מטרות הבדיקה : קביעת ריכוז חומצה גליצריזינית וקביעת ריכוז הגלברידין

2. תאריך ביצוע הבדיקה : מאי 2021

3. הדוגמא הנבדקת :

* קפסולות בבקבוק אטום עליו רשום "ליקוריץ פלוס 123", ת. תוקף 04/24, מ. אצווה B140421

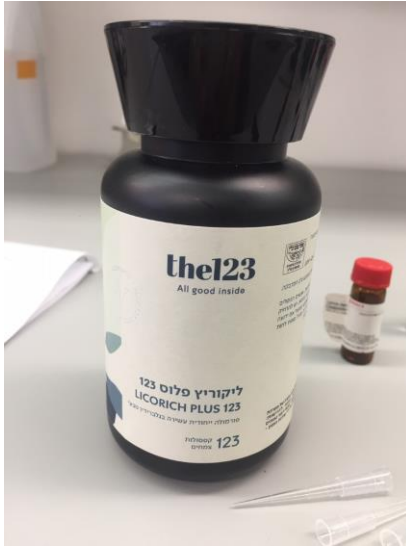
4. מבצע האנליזה : סעיד מחמוד – כימאי אנליטיקאי

מעבדות
המכללה האקדמית
תל חי

דוגמה מספר 1 – פריט שהתקבל באריזה מקורית וסגורה

נתוני הדוגמה :

1. קפסולות בבקבוק אטום עליו רשום "ליקוריץ פלוס 123", ת. תוקף 04/24, מ. אצווה B140421



שיטת הבדיקה:

גלברידין מסיס טוב במתנול וחומצה גליצריזינית מסיסה טוב במים. לכן המצויים נעשו בהתאם.

אצווה מס' B140421- דגימה הומוגנית למיצוי גלברידין במתנול

אצווה מס' B140421 – דגימה הומוגנית למיצוי חומצה גליצריזינית במים

דגימה של 100 מ"ג הוכנסו ל- 10 מ"ל ממס (מתנול עבור גלברידין ומים עבור חומצה גליצריזינית)

הדוגמאות עברו ערבוב וטלטול במשך שעתיים, סינון, מיהול פי 50 והזרקה ל LCMS

התוצאות לפי בדיקה אחת ללא חזרות

פירוט השיטה אנליטית :

HPLC conditions

The samples were injected (5 μ L) into UHPLC connected to a photodiode array detector (Dionex Ultimate 3000), with a reverse-phase column (Ace Excel, 100*3 mm, 1.7 μ m). The mobile phase consisted of (A) DDW with 1mM ammonium acetate and (B) Methanol containing 1mM ammonium acetate. The gradient was started with 40% B and kept isocratic for 2 min, then increased to 80% B in 8 min, then increased to 90% B in 2 minutes, and then kept isocratic for 5 min before returning to 40% B in 1 min and column was allowed to equilibrate at 40% B for 4 min before the next injection. The flow rate was 0.4 mL/min. column temperature was 35C.

LC/MS analysis

MS¹ and MS² analysis performed with Heated Electrospray ionization (HESI-II) source connected to a Q Exactive™ Plus Hybrid Quadrupole-Orbitrap™ Mass Spectrometer Thermo Scientific™. ESI capillary voltage was set to 3500 V, capillary temperature to 350C°, gas temperature to 250C° and Nitrogen gas flow to 35 mL/min. The mass spectra (m/z 150–900) were acquired using negative ion mode

Data preprocessing

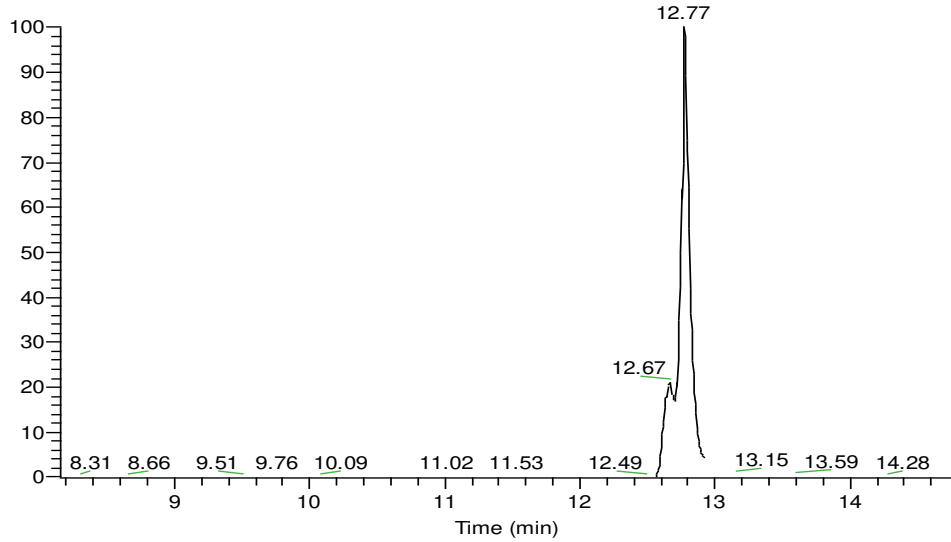
Peak determination, peak area integration, removing blank peaks, compound identification applied using Qn™ software.

תוצאות עבור Glabridin

D:\ANALYTICAL_LAB\LICORICH\5_10_21\2p5_g

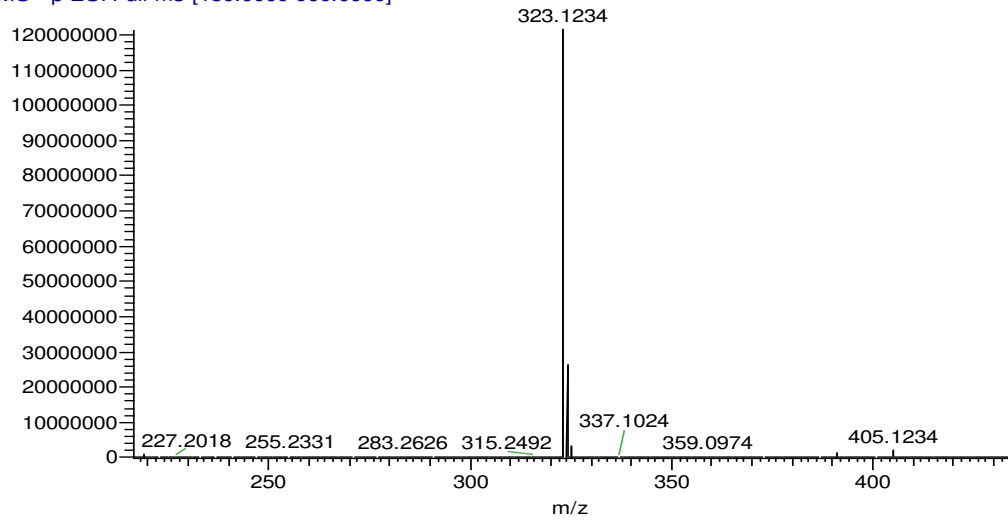
05/10/21 20:54:29

RT: 8.15 - 14.77

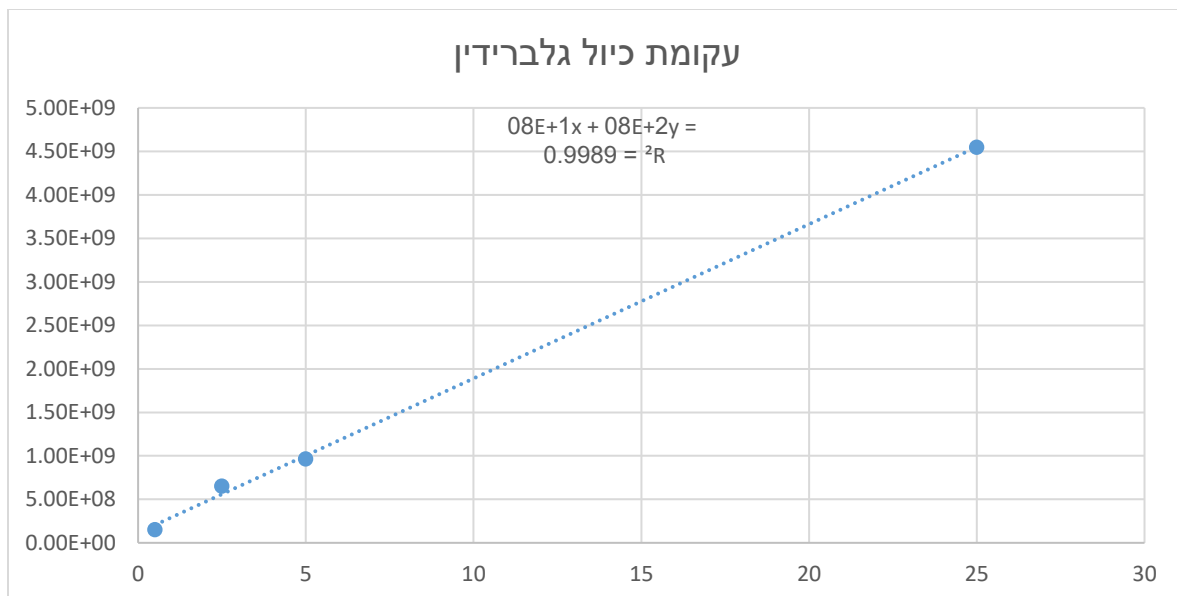


NL:
1.26E8
m/z=
323.1214-
323.1246
MS 2p5_g

2p5_g #941 RT: 12.78 AV: 1 NL: 1.21E8
T: FTMS - p ESI Full ms [150.0000-900.0000]



איור 1: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glabridin

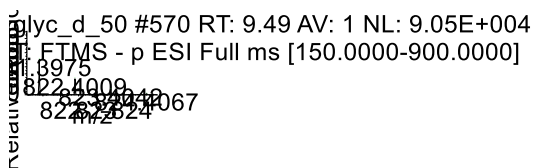
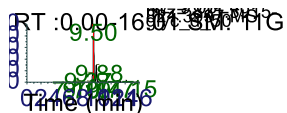


איור 2: עקום כיוול Glabridin

טבלה 1: ריכוז החומר Glabridin מס' אצווה B140421

שם דוגמה	שטח פיק	ריכוז בתמצית (PPM)	מינימום מ"ג גלברידין בקפסולה
Sampl2	2.05E+09	4.88E+00	21.00 מ"ג

תוצאות עבור חומצה גליצריזינית:



איור 3: כרומטוגרמה וספקטרום מסות של החומר Glycyrrhizic acid בדוגמת המיצוי

שם דוגמה	שטח פיק
1ppm	2.49e7
Sampl2a	7.6e5

- ריכוז Glycyrrhizic acid בדוגמאות 0.031 ppm.
- לכמוסה 0.0156 מ"ג.